

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-176429

(43)Date of publication of application : 14.07.1995

(51)Int.Cl.

H01F 10/24

C30B 19/12

C30B 29/28

H01F 41/24

(21)Application number : 05-321842

(71)Applicant : MURATA MFG CO LTD

(22)Date of filing : 21.12.1993

(72)Inventor : SEKIJIMA KATSUNORI

FUJII TAKASHI

FUJINO MASARU

KUMATORIYA MASATO

TAKAGI HIROSHI

(54) MAGNETIC GARNET SINGLE-CRYSTAL FILM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a magnetic garnet single-crystal film for MSSW element and its production method in which the difference of lattice constant against that of a base substrate generates small transition and its crystallization is high even when a film is thick.

CONSTITUTION: In a magnetic garnet single-crystal film that is grown through a liquid epitaxial growth on a nonmagnetic garnet single-crystal substrate having a different lattice constant, the film is formed on the nonmagnetic garnet single-crystal substrate by means of an intermediate layer whose crystallization is low in comparison with the magnetic garnet single-crystal film.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3484738

[Date of registration] 24.10.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the manufacture approach by the magnetic garnet single crystal film used as a surface magnetostatic wave component ingredient, and its liquid phase epitaxy.

[0002]

[Description of the Prior Art] as a charge of surface magnetostatic wave (MSSW is called hereafter) component material, the magnetic garnet single crystal film expressed with molecular formula $R_{0.33}M_{0.67}O_{12}$ (however, R -- such mixture; M, such as rare earth elements of calcium, Bi, Sc, Y, and others, -- mixture, such as Fe or Fe, and Ga, aluminum, Si) is used. especially -- R -- Y -- M -- Fe -- it is -- Y -- three -- Fe -- five -- O -- 12 (it is hereafter described as YIG) -- magnetostatic -- a wave -- a component -- an ingredient -- ***** -- the engine performance -- expressing -- ferromagnetic resonance (FMR) -- half-value width (ΔH) -- being small -- a sake -- good -- using -- having -- ****. And liquid phase epitaxy is known as the main manufacture approaches of this magnetic garnet single crystal film.

[0003] The manufacture approach of the YIG single crystal film by this liquid phase epitaxy is as follows. Namely, Y_2O_3 which is the oxide of the element which constitutes YIG in the crucible made from platinum first arranged in a vertical mold heating furnace at predetermined conditions and Fe_2O_3 PbO as a solvent, and B_2O_3 It is filled up, and homogenizes and solution-izes at about 1200 degrees C. Next, this solution is held to the temperature between the liquidus line and the solidus line, i.e., the constant temperature around about 900 degrees C, and it changes into a supercooling condition. Then, the YIG single crystal film is obtained on the front face of a substrate by raising the predetermined time YIG single crystal film, being immersed and rotating $50Gd_3Ga_{12}$ (GGG is called hereafter) substrate prepared as a substrate substrate into this solution in a fixed location.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] A MSSW component uses mutually the magnetostatic wave which is impressing so that it may become parallel to the magnetic garnet single crystal film, and spreads a perpendicular magnetic field and perpendicular microwave perpendicularly to the magnetic garnet single crystal film.

[0005] Since the refractive indexes of this magnetic garnet single crystal film and a substrate differ, when the thickness of the magnetic garnet single crystal film is thin, the reflection from the interface of this single crystal film and a substrate substrate takes place, and it becomes the cause of a noise. For this reason, it is necessary to thicken this magnetic garnet single crystal film. However, when it is the hetero epitaxy from which the lattice constant of a substrate substrate and the single crystal film differs, the single crystal film will receive stress of a certain kind from a substrate substrate by the difference in this lattice constant. For example, in the case of YIG, since the lattice constant is smaller than GGG, the single crystal film of YIG receives a tensile stress from a substrate substrate. This stress is accumulated as the single crystal film accumulates and goes, by a certain single crystal thickness (critical thickness), produces a rearrangement and eases. Or the single crystal film may curve depending on the case, or a crack may enter. Thus, since the single crystal film which consists of one layer with the thick thickness formed by the liquid-phase-epitaxial

method turned into film containing a rearrangement, and it curved depending on the case or the crack entered, it had the trouble that it was unsuitable as a charge of MSSW component material.

[0006] Then, although it is necessary to make the difference in this lattice constant small, how other elements permute the configuration element of the magnetic garnet single crystal film can be considered as an approach of amending this lattice constant. However, by this approach, it segregated in the growth direction, without necessarily distributing a permutation element uniformly, and had the trouble said that half-value width (ΔH) worsens.

[0007] Then, the purpose of this invention has little transition by the difference in the lattice constant of the magnetic garnet single crystal film and substrate substrate which were formed also when thickness was thick, and it is to offer the crystalline magnetic garnet single crystal film and its crystalline manufacture approach for high MSSW components.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, in the magnetic garnet single crystal film with which the magnetic garnet single crystal film of this invention grew up the magnetic garnet single crystal film on the nonmagnetic garnet single crystal substrate with which lattice constants differ by liquid phase epitaxy, it is characterized by forming the magnetic garnet single crystal film through a crystalline low interlayer as compared with said magnetic garnet single crystal film on a nonmagnetic garnet single crystal substrate.

[0009] And the above-mentioned crystalline low interlayer is the magnetic garnet of the same presentation as the magnetic garnet single crystal film formed on it, or a different presentation, or the periodic table. It is characterized by consisting of one kind chosen from the oxide of the element of an III group or IV group.

[0010] Moreover, in the manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film of growing up the magnetic garnet single crystal film on the nonmagnetic garnet single crystal substrate with which lattice constants differ by liquid phase epitaxy, after the manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film of this invention forms a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate as compared with said magnetic garnet single crystal film, it is characterized by forming said magnetic garnet single crystal film on this interlayer.

[0011] And the approach of forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate The magnetic garnet of the same presentation is grown up by liquid phase epitaxy at temperature lower than the growth temperature of the magnetic garnet single crystal film formed on this interlayer, The magnetic garnet in which a presentation differs from the magnetic garnet single crystal film formed on this interlayer is grown up by liquid phase epitaxy, SiO₂ Making it grow up with an epitaxial grown method, or the periodic table It is characterized by consisting of making one kind chosen from the oxide of the element of an III group or IV group form by the spatter.

[0012]

[Function] The manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film of this invention forms the crystalline magnetic high garnet single crystal film on it, after forming a crystalline low interlayer first on a substrate substrate. For this reason, the stress generated since the lattice constants of the magnetic garnet single crystal film and substrate substrate which were formed differ is absorbed and eased by the interlayer on a substrate substrate. Therefore, the magnetic garnet single crystal film formed on the interlayer turns into crystalline high film with little transition, even when the thickness is thick.

[0013]

[Example] Hereafter, the example is explained about the magnetic garnet single crystal film and its manufacture approach of this invention.

[0014] (Example 1) Y₂O₃ which is the oxide of the element which constitutes YIG, and Fe₂O₃ PbO as a solvent, and B₂O₃ After having arranged the crucible made from platinum with which it was filled up in the predetermined location in a vertical mold heating furnace, at about 1200 degrees C, it homogenized and it was solution-ized. Next, it was the temperature between the liquidus line and the solidus line, and this solution was held to temperature lower about 30 degrees C than the usual YIG training temperature, i.e., the constant temperature around about 870 degrees C, and was changed into the supercooling condition. Then, after growing up the predetermined time magnetism garnet and forming a crystalline low interlayer, being immersed and rotating the GGG substrate

prepared as a substrate substrate into this solution in a fixed location, the solution which pulled up the substrate substrate and has adhered on an interlayer's magnetic garnet film was shaken off according to the centrifugal force, carrying out high-speed rotation. Next, after raising the solution temperature in platinum crucible to about 900 degrees C and stabilizing it, the magnetic garnet single crystal film was raised on the predetermined time interlayer, being immersed again and rotating the substrate substrate which formed an interlayer's magnetic garnet previously in this solution in a fixed location. Then, swing OFF obtained the magnetic garnet single crystal film for the solution which pulled up the substrate substrate and has adhered on the magnetic garnet single crystal film according to the centrifugal force, carrying out high-speed rotation.

[0015] The above approach was repeated and interlayer thickness and the thickness of the magnetic garnet single crystal film obtained four kinds of magnetic garnet single crystal film, 5 micrometers / 20 micrometers, 10 micrometers / 40 micrometers, 15 micrometers / 60 micrometers, 20 micrometers / 80 micrometers, respectively. Moreover, the magnetic garnet single crystal film of the monolayer whose thickness is 25 micrometers, 50 micrometers, 75 micrometers, and 100 micrometers was obtained on the raw material (a raw material 1 is called hereafter) and the temperature conditions of having the same presentation as an example 1 as a conventional example for a comparison.

[0016] (Example 2) One set of the vertical mold heating furnace which has two or more reactor core tubes was prepared. First, the outline of this vertical mold heating furnace is explained. Drawing 1 is the perspective view showing the outline structure of this vertical mold heating furnace, and consists of an up preheating furnace A and a lower melting furnace B.

[0017] In this drawing, 1a, 2a, 3a, and 4a show the furnace body which has a vertical mold tubed reactor core tube inside, respectively, and form the up preheating furnace A combining furnace bodies 1a, 2a, 3a, and 4a. 11 is a bearing bar driven in the hand of cut or the vertical direction of right reverse while supporting the substrate holder which holds a substrate substrate in a reactor core tube. Moreover, 12 is a maintenance base which carries out maintenance immobilization of the up preheating furnace A. Moreover, 1b, 2b, and 3b and 4b show the furnace body which has a vertical mold tubed reactor core tube, respectively, and form the lower melting furnace B combining furnace body 1b, 2b, and 3b and 4b. The cylinder which 13 holds the lower melting furnace B, and is made to go up and down, and 14 are rollers made to rotate the lower melting furnace B.

[0018] Thus, by doubling the up preheating furnace A and the lower fusion furnace B which were divided, a furnace can consist of a reactor core tube in the furnace body of the arbitration prepared in the up preheating furnace A, and a reactor core tube in the furnace body of the arbitration prepared in the lower melting furnace B. Moreover, the controllable heater is formed independently in the perimeter of the reactor core tube in each furnace body, respectively.

[0019] Next, the formation process of the magnetic garnet single crystal film using this vertical mold heating furnace is explained. First, the cylinder 13 was dropped and the up preheating furnace A and the lower melting furnace B were made to separate. Next, it is Y₂O₃, although the crucible made from platinum is filled up with a raw material 1, it arranges in the predetermined location in the reactor core tube of furnace body 2b and the configuration raw material is still the same as an example 1. Fe₂O₃ Another crucible made from platinum was filled up with the raw material (a raw material 2 is called hereafter) into which the ratio was changed, and it has arranged in the predetermined location in the reactor core tube of furnace body 1b. Then, the lower melting furnace B was raised in the cylinder 13, and it doubled with the up preheating furnace A. Next, furnace bodies 1a, 1b, and 2a and the reactor core tube of 2b were heated, respectively, and it homogenized and solution-ized at about 1200 degrees C like the example 1. Next, these solutions were held to the temperature between the liquidus line and the solidus line, i.e., the constant temperature around about 900 degrees C, and it changed into the supercooling condition.

[0020] Next, after raising the predetermined time magnetism garnet single crystal film and forming an interlayer, being immersed and rotating the GGG substrate prepared as a substrate substrate into the solution of the raw material 2 in the reactor core tube of furnace body 1b in a fixed location, carrying out high-speed rotation, the substrate substrate was pulled up in furnace body 1a, and the adhesion solution on an interlayer's magnetic garnet film was shaken off according to the centrifugal force.

[0021] Then, after dropping the lower melting furnace B in a cylinder 13, 90 degrees of lower melting furnaces B were rotated by the motor (not shown) through the roller 14 so that furnace body 2b of the lower melting furnace B might come just under furnace body 1a of the up preheating furnace A. Then, the lower melting furnace B was raised in the cylinder 13, and the furnace consisted of a reactor core tube of furnace body 1a, and a reactor core tube of furnace body 2b together with the up preheating furnace A. Then, after stabilizing temperature further, the magnetic garnet single crystal film was raised on the predetermined time interlayer, being immersed again and rotating the substrate substrate which the substrate substrate currently held in the reactor core tube of furnace body 1a was dropped, and formed an interlayer's magnetic garnet single crystal film in the solution of a raw material 1 in a fixed location. Then, swing OFF obtained the 40-micrometer magnetic garnet single crystal film for the solution which pulled up the substrate substrate and has adhered to the magnetic garnet single crystal film on the 10-micrometer interlayer according to the centrifugal force, carrying out high-speed rotation.

[0022] (Example 3) The magnetic garnet single crystal film was formed like the example 2 using the vertical mold heating furnace which has two or more reactor core tubes. That is, the cylinder 13 was dropped and the up preheating furnace A and the lower melting furnace B were made to separate first. Next, the crucible made from platinum is filled up with a raw material 1, and it arranges in the predetermined location in the reactor core tube of furnace body 2b, and is SiO₂ further. Another crucible made from platinum was filled up with the raw material for single crystals, and it has arranged in the predetermined location in the reactor core tube of furnace body 1b. Then, the furnace bodies 1a, 1b, and 2a after raising the lower melting furnace B in a cylinder 13 and doubling with the up preheating furnace A, and the reactor core tube of 2b were heated, respectively, and after homogenizing and solution-izing, these solutions were held to the constant temperature between the liquidus line and the solidus line, and it changed into the supercooling condition.

[0023] Next, SiO₂ in the reactor core tube of furnace body 1b It is predetermined time SiO₂, being immersed and rotating the GGG substrate prepared as a substrate substrate into the solution of the raw material for single crystals in a fixed location. A substrate substrate is pulled up in furnace body 1a, carrying out high-speed rotation, after raising the single crystal film and forming an interlayer, and it is SiO₂ of an interlayer. The adhesion solution on **** was shaken off according to the centrifugal force.

[0024] Then, after dropping the lower melting furnace B in a cylinder 13, 90 degrees of lower melting furnaces B boiled so that furnace body 2b of the lower melting furnace B may come just under furnace body 1a of the up preheating furnace A were rotated by the motor (not shown) through the roller 14. Then, the lower melting furnace B was raised in the cylinder 13, and the furnace consisted of a reactor core tube of furnace body 1a, and a reactor core tube of furnace body 2b together with the up preheating furnace A. Then, the substrate substrate currently held in the reactor core tube of furnace body 1a after stabilizing temperature at about 900 degrees C further is dropped, and it is SiO₂ of an interlayer in the solution of a raw material 1. The magnetic garnet single crystal film was raised on the predetermined time interlayer, being immersed and rotating the substrate substrate in which the single crystal film was formed in a fixed location. Then, swing OFF obtained the 40-micrometer magnetic garnet single crystal film for the solution which pulled up the substrate substrate and has adhered to the magnetic garnet single crystal film on the 10-micrometer interlayer according to the centrifugal force, carrying out high-speed rotation.

[0025] (Example 4) It is CeO₂ first on the GGG substrate prepared as a substrate substrate. The ceramics is used as a target ingredient and it is Ar-O₂. A spatter is performed by making mixed gas into sputtering gas, and it is CeO₂. It was made to deposit and the interlayer was formed. In addition, the temperature of the substrate substrate under spatter is CeO₂ made to deposit while keeping at 300-500 degrees C here. It heat-treated at about 600 degrees C.

[0026] Next, the crucible made from platinum arranged in a vertical mold heating furnace was filled up with the raw material 1, and it homogenized and solution-ized at about 1200 degrees C. Next, this solution was held to the temperature between the liquidus line and the solidus line, i.e., the constant temperature around about 900 degrees C, and it changed into the supercooling condition. Then, it is CeO₂ previously in this solution. The predetermined time magnetism garnet single crystal film was raised being immersed and rotating the substrate substrate made to deposit in a fixed location. Then,

swing OFF obtained the 40-micrometer magnetic garnet single crystal film for the solution which pulled up the substrate substrate and has adhered to the magnetic garnet single crystal film on the 10-micrometer interlayer according to the centrifugal force, carrying out high-speed rotation.

[0027] The comparison with what was formed by the conventional approach shows the pit consistency of the magnetic garnet single crystal film formed in Table 1 in the above examples 1-4.

[0028]

[Table 1]

	膜厚 (μm)		ピット密度 (個 / cm^2)
	中間層	YIG単結晶層	
実施例 1	5	20	5
	10	40	5
	15	60	6
	20	80	8
実施例 2	10	40	5
実施例 3	10	40	6
実施例 4	10	40	6
従来例	—	25	10
	—	50	25
	—	75	52
	—	100	81

[0029] The pit consistency of the magnetic garnet single crystal film of this invention formed through the crystalline low interlayer on the GGG substrate is decreasing sharply as compared with it of the conventional magnetic garnet single crystal film as shown in Table 1. Moreover, when thickness of a magnetic garnet single crystal is thickened, in the case of this invention, it hardly increases to a pit consistency increasing rapidly conventionally.

[0030] In addition, in the above-mentioned example 2 and an example 3, although one set of the vertical mold heating furnace which has two or more reactor core tubes as a training furnace of the single crystal film is used, this is for softening the thermal shock which joins the substrate substrate in which the interlayer was formed. Therefore, the various liquid-phase-epitaxial training furnaces of using two vertical mold heating furnaces which consist of a single reactor core tube can be used by carrying out the consideration.

[0031] moreover, the above-mentioned example 4 -- setting -- CeO_2 what is limited only to this although a spatter is carried out and being considered as the interlayer -- it is not -- Y_2O_3 Or In_2O_3 etc. -- the spatter of the one kind chosen from the oxide of the element of a periodic table III group or IV group was carried out, and the effectiveness same also as an interlayer was acquired.

[0032]

[Effect of the Invention] By the above explanation, after forming a crystalline low interlayer first on a substrate substrate, the magnetic garnet single crystal film and its manufacture approach of this invention form the crystalline magnetic high garnet single crystal film on it, so that clearly. For this reason, the stress generated since the lattice constants of the magnetic garnet single crystal film and substrate substrate which were formed differ is absorbed and eased by the interlayer on a substrate substrate. Therefore, the magnetic garnet single crystal film of this invention becomes the crystalline high thing which has few transition, when the thickness is thick, and it is suitable as an object for MSSW devices.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the magnetic garnet single crystal film characterized by forming the magnetic garnet single crystal film through a crystalline low interlayer as compared with said magnetic garnet single crystal film in the magnetic garnet single crystal film which grew up the magnetic garnet single crystal film on the nonmagnetic garnet single crystal substrate with which lattice constants differ by liquid phase epitaxy on a nonmagnetic garnet single crystal substrate.

[Claim 2] A crystalline low interlayer is magnetic garnet single crystal film according to claim 1 characterized by consisting of a magnetic garnet of the same presentation as the magnetic garnet single crystal film formed on it.

[Claim 3] For said magnetic garnet single crystal film formed on it, a crystalline low interlayer is magnetic garnet single crystal film according to claim 1 characterized by consisting of a magnetic garnet from which a presentation differs.

[Claim 4] A crystalline low interlayer is the periodic table. Magnetic garnet single crystal film according to claim 1 characterized by consisting of one kind chosen from the oxide of the element of an III group or IV group.

[Claim 5] The manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film characterized by forming the magnetic garnet single crystal film on this interlayer in the manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film of growing up the magnetic garnet single crystal film on the nonmagnetic garnet single crystal substrate with which lattice constants differ by liquid phase epitaxy after forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate as compared with said magnetic garnet single crystal film.

[Claim 6] The approach of forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate is the manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film according to claim 5 characterized by consisting of growing up the magnetic garnet of the same presentation by liquid phase epitaxy at temperature lower than the growth temperature of the magnetic garnet single crystal film formed on this interlayer.

[Claim 7] For the magnetic garnet single crystal film formed on this interlayer, the approach of forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate is the manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film according to claim 5 characterized by consisting of growing up the magnetic garnet from which a presentation differs by liquid phase epitaxy.

[Claim 8] The approach of forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate is SiO₂. The manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film according to claim 5 characterized by consisting of making it grow up by liquid phase epitaxy.

[Claim 9] The approach of forming a crystalline low interlayer on a nonmagnetic garnet single crystal substrate is the periodic table. The manufacture approach of the magnetic garnet single crystal film according to claim 5 characterized by consisting of making one kind chosen from the oxide of the element of an III group or IV group form by the spatter.

[Translation done.]

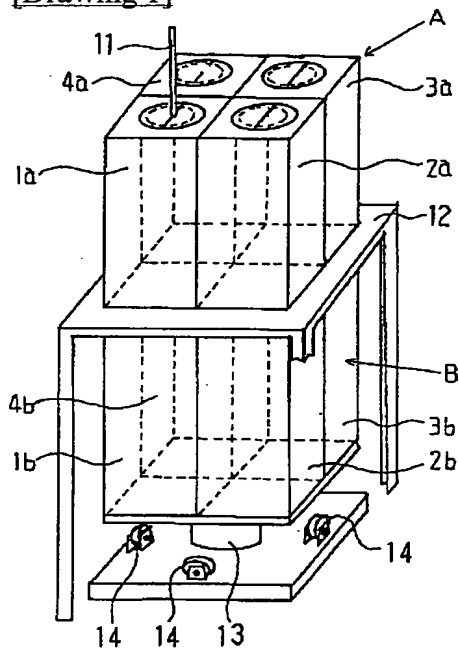
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-176429

(43) 公開日 平成7年(1995)7月14日

(51) Int.Cl. ^a	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/24				
C 3 0 B 19/12				
		29/28		
H 0 1 F 41/24		8216-4G		

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-321842

(22) 出願日 平成5年(1993)12月21日

(71) 出願人 000006231

株式会社村田製作所

京都府長岡京市天神二丁目26番10号

(72) 発明者 関島 雄徳

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式
会社村田製作所内

(72) 発明者 藤井 高志

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式
会社村田製作所内

(72) 発明者 藤野 優

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式
会社村田製作所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁性ガーネット単結晶膜およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 膜厚の厚い場合にも下地基板との格子定数の
違いによる転移が少なく結晶性が高い、MSSW素子
用の磁性ガーネット単結晶膜およびその製造方法を提供
する。

【構成】 磁性ガーネット単結晶膜を液相エピタキシャ
ル成長法で格子定数の異なる非磁性ガーネット単結晶基
板上に成長させた磁性ガーネット単結晶膜において、磁
性ガーネット単結晶膜は非磁性ガーネット単結晶基板上
に前記磁性ガーネット単結晶膜と比較して結晶性の低い
中間層を介して形成されている。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 磁性ガーネット単結晶膜を液相エビタキシャル成長法で格子定数の異なる非磁性ガーネット単結晶基板上に成長させた磁性ガーネット単結晶膜において、

磁性ガーネット単結晶膜は非磁性ガーネット単結晶基板上に前記磁性ガーネット単結晶膜と比較して結晶性の低い中間層を介して形成されていることを特徴とする磁性ガーネット単結晶膜。

【請求項 2】 結晶性の低い中間層は、その上に形成された磁性ガーネット単結晶膜と同じ組成の磁性ガーネットからなることを特徴とする請求項 1 記載の磁性ガーネット単結晶膜。

【請求項 3】 結晶性の低い中間層は、その上に形成された前記磁性ガーネット単結晶膜とは組成の異なる磁性ガーネットからなることを特徴とする請求項 1 記載の磁性ガーネット単結晶膜。

【請求項 4】 結晶性の低い中間層は、周期律表 III 族または IV 族の元素の酸化物より選ばれた 1 種類からなることを特徴とする請求項 1 記載の磁性ガーネット単結晶膜。

【請求項 5】 磁性ガーネット単結晶膜を液相エビタキシャル成長法で格子定数の異なる非磁性ガーネット単結晶基板上に成長させる磁性ガーネット単結晶膜の製造方法において、

非磁性ガーネット単結晶基板上に前記磁性ガーネット単結晶膜と比較して結晶性の低い中間層を形成した後、該中間層の上に磁性ガーネット単結晶膜を形成することを特徴とする磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【請求項 6】 非磁性ガーネット単結晶基板上に結晶性の低い中間層を形成する方法は、該中間層の上に形成する磁性ガーネット単結晶膜の成長温度より低い温度で同一組成の磁性ガーネットを液相エビタキシャル成長法で成長させることよりなることを特徴とする請求項 5 記載の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【請求項 7】 非磁性ガーネット単結晶基板上に結晶性の低い中間層を形成する方法は、該中間層の上に形成する磁性ガーネット単結晶膜とは組成の異なる磁性ガーネットを液相エビタキシャル成長法で成長させることよりなることを特徴とする請求項 5 記載の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【請求項 8】 非磁性ガーネット単結晶基板上に結晶性の低い中間層を形成する方法は、 SiO_2 を液相エビタキシャル成長法で成長させることよりなることを特徴とする請求項 5 記載の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【請求項 9】 非磁性ガーネット単結晶基板上に結晶性の低い中間層を形成する方法は、周期律表 III 族または IV 族の元素の酸化物より選ばれた 1 種類をスパッタにより形成させることよりなることを特徴とする請求項 5 記

載の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、表面静磁波素子材料として用いる磁性ガーネット単結晶膜およびその液相エビタキシャル成長法による製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】表面静磁波（以下、MSSW と称す）素子用材料として、分子式 $\text{R}^{\text{M}}\text{M}^{\text{M}}\text{O}_{12}$ 、（但し、R は Ca, Bi, Sc, Y, その他の希土類元素等、あるいはこれらの混合物；M は Fe, あるいは Fe および Ga, Al, Si 等の混合物）で表される磁性ガーネット単結晶膜が用いられている。特に R が Y, M が Fe である Y, Fe, O_{12} （以下、YIG と記す）は、静磁波素子材料としての性能を表す強磁性共鳴（FMR）の半値幅（ ΔH ）が小さいためよく用いられている。そして、この磁性ガーネット単結晶膜の主な製造方法として、液相エビタキシャル成長法が知られている。

【0003】この液相エビタキシャル成長法による YIG 単結晶膜の製造方法は以下の通りである。即ち、まず縦型加熱炉内に所定条件に配置された白金製坩堝に、YIG を構成する元素の酸化物である Y_2O_3 、 Fe_2O_3 と溶剤としての PbO 、 B_2O_3 とを充填し、約 1200°C で均質化を行い溶液化する。次に、この溶液を液相線と固相線の間の温度、即ち約 900°C 前後の一定温度に保持して過冷却状態にする。その後、この溶液中に下地基板として準備した Gd 、 Ga 、 O_{12} （以下、GGG と称す）基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間 YIG 単結晶膜の育成を行なうことにより、下地基板の表面に YIG 単結晶膜を得る。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】MSSW 素子は、互いに垂直な磁場とマイクロ波を磁性ガーネット単結晶膜に平行となるように印加することで、磁性ガーネット単結晶膜に対して垂直に伝搬していく静磁波を利用するものである。

【0005】この磁性ガーネット単結晶膜と下地基板の屈折率は異なるため、磁性ガーネット単結晶膜の厚みが薄い場合は、この単結晶膜と下地基板の界面からの反射が起こりノイズの原因となる。このため、この磁性ガーネット単結晶膜を厚くする必要がある。しかし、下地基板と単結晶膜の格子定数が異なるヘテロエビタキシーの場合、この格子定数の違いにより単結晶膜は下地基板からある種の応力を受けることになる。例えば、YIG の場合、GGG より格子定数が小さいため YIG の単結晶膜は下地基板から引っ張り応力を受ける。この応力は単結晶膜が堆積して行くにつれて蓄積し、ある単結晶膜厚（臨界膜厚）で転位を生じて緩和する。あるいは場合によっては単結晶膜が反ったりクラックが入ったりする場合がある。この様に液相エビタキシャル法で形成した膜

厚の厚い1層からなる単結晶膜は転位の入った膜となり、また、場合によっては反ったりクラックが入ったりすることもあり、MSSW素子用材料としては不適切であるという問題点を有していた。

【0006】そこで、この格子定数の違いを小さくする必要があるが、この格子定数を補正する方法として、磁性ガーネット単結晶膜の構成元素を他の元素で置換する方法が考えられる。しかしこの方法では置換元素が必ずしも一様に分布せずに成長方向に偏析し、半値幅(ΔH)が悪くなるという問題点を有していた。

【0007】そこで、本発明の目的は、膜厚の厚い場合にも形成した磁性ガーネット単結晶膜と下地基板との格子定数の違いによる転移が少なく、結晶性の高いMSSW素子用の磁性ガーネット単結晶膜およびその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明の磁性ガーネット単結晶膜は、磁性ガーネット単結晶膜を液相エピタキシャル成長法で格子定数の異なる非磁性ガーネット単結晶基板上に成長させた磁性ガーネット単結晶膜において、磁性ガーネット単結晶膜は非磁性ガーネット単結晶基板上に前記磁性ガーネット単結晶膜と比較して結晶性の低い中間層を介して形成されていることを特徴とする。

【0009】そして、上記結晶性の低い中間層は、その上に形成された磁性ガーネット単結晶膜と同じ組成あるいは異なる組成の磁性ガーネット、または周期律表 III族またはIV族の元素の酸化物より選ばれた1種類からなることを特徴とする。

【0010】また、本発明の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法は、磁性ガーネット単結晶膜を液相エピタキシャル成長法で格子定数の異なる非磁性ガーネット単結晶基板上に成長させる磁性ガーネット単結晶膜の製造方法において、非磁性ガーネット単結晶基板上に前記磁性ガーネット単結晶膜と比較して結晶性の低い中間層を形成した後、該中間層の上に前記磁性ガーネット単結晶膜を形成することを特徴とする。

【0011】そして、非磁性ガーネット単結晶基板上に結晶性の低い中間層を形成する方法は、該中間層の上に形成する磁性ガーネット単結晶膜の成長温度より低い温度で同一組成の磁性ガーネットを液相エピタキシャル成長法で成長させること、該中間層の上に形成する磁性ガーネット単結晶膜とは組成の異なる磁性ガーネットを液相エピタキシャル成長法で成長させること、 SiO_2 をエピタキシャル成長法で成長させること、または周期律表 III族またはIV族の元素の酸化物より選ばれた1種類をスパッタにより形成させることよりなることを特徴とする。

【0012】

【作用】本発明の磁性ガーネット単結晶膜の製造方法

は、下地基板上にまず結晶性の低い中間層を形成した後、その上に結晶性の高い磁性ガーネット単結晶膜を形成する。このため、形成した磁性ガーネット単結晶膜と下地基板との格子定数が異なるために発生する応力は、下地基板上の中間層に吸収され緩和される。したがって、中間層上に形成した磁性ガーネット単結晶膜は、その膜厚が厚い場合でも転移の少ない結晶性の高い膜となる。

【0013】

10 【実施例】以下、本発明の磁性ガーネット単結晶膜およびその製造方法について、その実施例を説明する。

【0014】(実施例1) YIGを構成する元素の酸化物である Y_2O_3 、 Fe_2O_3 と溶剤としての PbO 、 B_2O_3 とを充填した白金製坩堝を、縦型加熱炉内の所定位置に配置した後、約1200℃で均質化を行い溶液化した。次に、この溶液を液相線と固相線の間の温度であって通常のYIG育成温度より約30℃低い温度、即ち約870℃前後の一定温度に保持して過冷却状態にした。その後、この溶液中に下地基板として準備したGGG基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間磁性ガーネットを成長させて結晶性の低い中間層を形成した後、高速回転しながら下地基板を引き上げて中間層の磁性ガーネット膜上に付着している溶液を遠心力により振り切った。次に、白金坩堝中の溶液温度を約900℃まで上昇させて安定させた後、この溶液内に先に中間層の磁性ガーネットを形成した下地基板を再度浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間中間層上に磁性ガーネット単結晶膜の育成を行なった。その後、高速回転しながら下地基板を引き上げて磁性ガーネット単結晶膜上に付着している溶液を遠心力により振り切って、磁性ガーネット単結晶膜を得た。

【0015】以上の方法を繰り返して、中間層厚みと磁性ガーネット単結晶膜の厚みが、それぞれ5μm/20μm、10μm/40μm、15μm/60μm、20μm/80μmの4種類の磁性ガーネット単結晶膜を得た。また、比較のために、従来例として、実施例1と同一の組成を有する原料(以下、原料1と称す)および温度条件で、厚みが25μm、50μm、75μm、100μmの単層の磁性ガーネット単結晶膜を得た。

40 【0016】(実施例2)複数の炉芯管を有する1台の縦型加熱炉を用意した。まず、この縦型加熱炉の概要を説明する。図1はこの縦型加熱炉の概略構造を示す斜視図であり、上部予熱炉Aと下部溶融炉Bとから構成されている。

【0017】同図において、1a、2a、3a、4aはそれぞれ内部に縦型筒状の炉芯管を有する炉体を示し、炉体1a、2a、3a、4aを組み合わせて上部予熱炉Aを形成している。11は、炉芯管内において下地基板を保持する基板保持具を支持するとともに正逆の回転方向あるいは上下方向に駆動される支持棒である。また、

12は上部予熱炉Aを保持固定する保持台である。また、1b、2b、3b、4bはそれぞれ縦型筒状の炉芯管を有する炉体を示し、炉体1b、2b、3b、4bを組み合わせることで下部溶融炉Bを形成している。13は下部溶融炉Bを保持しかつ上下させるシリンダー、14は下部溶融炉Bを回転させるローラである。

【0018】このように分割した上部予熱炉Aと下部溶融炉Bとを合わせることで、上部予熱炉Aに設けた任意の炉体中の炉芯管と下部溶融炉Bに設けた任意の炉体中の炉芯管とで、炉を構成することができる。また各炉体中の炉芯管の周囲にはそれぞれ独立して制御可能なヒータが設けられている。

【0019】次に、この縦型加熱炉を用いた磁性ガーネット単結晶膜の形成工程を説明する。まず、シリンダー13を下降させて上部予熱炉Aと下部溶融炉Bとを分離させた。次に、原料1を白金製坩堝に充填して炉体2bの炉芯管内の所定位置に配置し、さらに、実施例1と構成原料は同じだがY、O、とFe、O、の比率を変えた原料（以下、原料2と称す）を別の白金製坩堝に充填して炉体1bの炉芯管内の所定位置に配置した。その後、シリンダー13で下部溶融炉Bを上昇させて上部予熱炉Aと合わせた。次に、炉体1a、1bと2a、2bの炉芯管をそれぞれ加熱して、実施例1と同様に約1200℃で均質化をおこない溶液化した。次に、これらの溶液を液相線と固相線の間の温度、即ち約900℃前後の一定温度に保持して過冷却状態にした。

【0020】次に、炉体1bの炉芯管中の原料2の溶液中に下地基板として準備したGGG基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間磁性ガーネット単結晶膜の育成を行ない中間層を形成した後、高速回転しながら下地基板を炉体1a中に引き上げて中間層の磁性ガーネット膜上の付着溶液を遠心力により振り切った。

【0021】その後、シリンダー13により下部溶融炉Bを下降させた後、下部溶融炉Bの炉体2bが上部予熱炉Aの炉体1aの真下にくるように下部溶融炉Bをローラ14を介してモータ（図示せず）で90°回転させた。その後、シリンダー13で下部溶融炉Bを上昇させて上部予熱炉Aと合わせ、炉体1aの炉芯管と炉体2bの炉芯管とで炉を構成した。その後、さらに温度を安定させた後、炉体1aの炉芯管中に保持していた下地基板を降下させて原料1の溶液内に中間層の磁性ガーネット単結晶膜を形成した下地基板を再度浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間中間層上に磁性ガーネット単結晶膜の育成を行なった。その後、高速回転させながら下地基板を引き上げて磁性ガーネット単結晶膜に付着している溶液を遠心力により振り切って、10μmの中間層の上に40μmの磁性ガーネット単結晶膜を得た。

【0022】（実施例3）実施例2と同様に、複数の炉芯管を有する縦型加熱炉を用いて磁性ガーネット単結晶膜を形成した。即ち、まず、シリンダー13を下降させ

て上部予熱炉Aと下部溶融炉Bとを分離させた。次に、原料1を白金製坩堝に充填して炉体2bの炉芯管内の所定位置に配置し、さらに、SiO₂単結晶用の原料を別の白金製坩堝に充填して炉体1bの炉芯管内の所定位置に配置した。その後、シリンダー13で下部溶融炉Bを上昇させて上部予熱炉Aと合わせた後、炉体1a、1bと2a、2bの炉芯管をそれぞれ加熱して均質化をおこない溶液化した後、これらの溶液を液相線と固相線の間の一定温度に保持して過冷却状態にした。

【0023】次に、炉体1bの炉芯管中のSiO₂単結晶用の原料の溶液中に下地基板として準備したGGG基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間SiO₂単結晶膜の育成を行ない中間層を形成した後、高速回転しながら下地基板を炉体1a中に引き上げて中間層のSiO₂膜膜上の付着溶液を遠心力により振り切った。

【0024】その後、シリンダー13により下部溶融炉Bを下降させた後、下部溶融炉Bの炉体2bが上部予熱炉Aの炉体1aの真下にくるように下部溶融炉Bをローラ14を介してモータ（図示せず）で90°回転させた。その後、シリンダー13で下部溶融炉Bを上昇させて上部予熱炉Aと合わせ、炉体1aの炉芯管と炉体2bの炉芯管とで炉を構成した。その後、さらに約900℃で温度を安定させた後、炉体1aの炉芯管中に保持していた下地基板を降下させて原料1の溶液内に中間層のSiO₂単結晶膜を形成した下地基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間中間層上に磁性ガーネット単結晶膜の育成を行なった。その後、高速回転しながら下地基板を引き上げて磁性ガーネット単結晶膜に付着している溶液を遠心力により振り切って、10μmの中間層の上に40μmの磁性ガーネット単結晶膜を得た。

【0025】（実施例4）まず、下地基板として準備したGGG基板上に、CeO₂セラミックスをターゲット材料としAr-O₂混合ガスをスパッタガスとしてスパッタを行ない、CeO₂を堆積させて中間層を形成した。なお、ここでスパッタ中の下地基板の温度は300～500℃に保つとともに、堆積させたCeO₂は約600℃で熱処理を行なった。

【0026】次に、縦型加熱炉内に配置した白金製坩堝に原料1を充填し、約1200℃で均質化を行い溶液化した。次に、この溶液を液相線と固相線の間の温度、即ち約900℃前後の一定温度に保持して過冷却状態にした。その後、この溶液中に先にCeO₂を堆積させた下地基板を浸漬し、一定位置で回転させながら所定時間磁性ガーネット単結晶膜の育成を行なった。その後、高速回転させながら下地基板を引き上げて磁性ガーネット単結晶膜に付着している溶液を遠心力により振り切って、10μmの中間層の上に40μmの磁性ガーネット単結晶膜を得た。

【0027】表1に、以上の実施例1～4で形成した磁性ガーネット単結晶膜のビット密度を従来方法で形成し

たものとの比較で示す。

【0028】

【表1】

	膜厚 (μm)		ビット密度 (個/cm ²)
	中間層	YIG単結晶層	
実施例1	5	20	5
	10	40	5
	15	60	6
	20	80	8
実施例2	10	40	5
実施例3	10	40	6
実施例4	10	40	6
従来例	—	25	10
	—	50	25
	—	75	52
	—	100	81

【0029】表1に示す通り、GGG基板上に結晶性の低い中間層を介して形成した本発明の磁性ガーネット単結晶膜のビット密度は、従来の磁性ガーネット単結晶膜のそれと比較して、大幅に減少している。また、磁性ガーネット単結晶の膜厚を厚くした場合、従来は急激にビット密度が増加するのに対して、本発明の場合はほとんど増加しない。

【0030】なお、上記実施例2および実施例3においては、単結晶膜の育成炉として複数の炉芯管を有する1台の縦型加熱炉を用いているが、これは中間層を形成した下地基板に加わる熱衝撃を和らげるためである。したがって、その配慮をすることにより、単一の炉芯管からなる縦型加熱炉を2台使用する等の種々の液相エピタキシャル育成炉を用いることができる。

【0031】また、上記実施例4においては、CeO₂をスパッタして中間層としているが、これのみに限定されるものでなく、Y₂O₃、あるいはIn₂O₃等の周期律表III族またはIV族の元素の酸化物より選ばれた1種類をスパッタして中間層としても同様の効果が得られた。

【0032】

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明の磁性ガーネット単結晶膜およびその製造方法は、下地基板上にまず結晶性の低い中間層を形成した後、その上に結晶性の高い磁性ガーネット単結晶膜を形成したものである。このため、形成した磁性ガーネット単結晶膜と下地基板との格子定数が異なるために発生する応力は、下地基板との中間層に吸収・緩和される。したがって、本発明の磁性ガーネット単結晶膜は、その厚みが厚い場合においても転移の少ない結晶性の高いものとなり、MSWデバイス用として好適である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例に用いる縦型加熱炉の概略構造を示す斜視図である。

【符号の説明】

A 上部予熱炉

B 下部熔融炉

1a, 2a, 3a, 4a, 1b, 2b, 3b, 4b

炉体

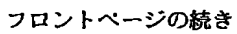
11 支持棒

12 上部予熱炉の保持台

13 シリンダー

14 ローラ

【圖 1】



京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式
会社村田製作所内